

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

*JPA 10-036547*

(11) Publication number: **10036547 A**

(43) Date of publication of application: **10.02.98**

(51) Int. Cl.

**C08J 9/12  
// C08L101:00**

(21) Application number: **08194985**

(71) Applicant: **YAMAHA CORP**

(22) Date of filing: **24.07.96**

(72) Inventor: **ITOU TAKAKO**

(54) **PRODUCTION OF MICROFOAM**

(57) **Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain the subject foam capable of attaining a lighter weight and reducing a use amount while suppressing lowering of strength because of containing many dispersed fine air cells by impregnating a resin with liquid CO<sub>2</sub> and foaming the resin.

**SOLUTION:** A resin is impregnated with liquid CO<sub>2</sub> and the resin is foamed. The liquid CO<sub>2</sub> is obtained by e.g. making internal pressure of the CO<sub>2</sub> be 200kgf at 5°C or 200kgf at 25°C. Preferably, the resin has  $\approx 0.5$  dipole

moment, such as polyethylene terephthalate. When a resin having  $\approx 0.5$  dipole moment is used, a saturate impregnating amount of CO<sub>2</sub> can be  $\approx 7\%$  (at 25°C, under 200kgf) and a micro foam of  $\approx 5\mu\text{m}$  cell size and  $\approx 1 \times 10^{10}$  pieces/cm<sup>3</sup> cell density can preferably be obtained. Preferably, the impregnation is performed by setting at a temperature and a pressure in which CO<sub>2</sub> becomes to be a liquid state. The foaming may be performed by making the CO<sub>2</sub>-impregnated resin under a condition of a reduced pressure and/or heated state.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO

**BEST AVAILABLE COPY**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-36547

(43) 公開日 平成10年(1998) 2月10日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

C 0 8 J 9/12

// C 0 8 L 101:00

識別記号

庁内整理番号

F I

C 0 8 J 9/12

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号

特願平8-194965

(22) 出願日

平成 8 年(1996) 7 月24日

(71) 出願人 000004075

ヤマハ株式会社

静岡県浜松市中沢町10番1号

(72) 発明者 伊藤 田佳子

静岡県浜松市中沢町10番1号 ヤマハ株式会社内

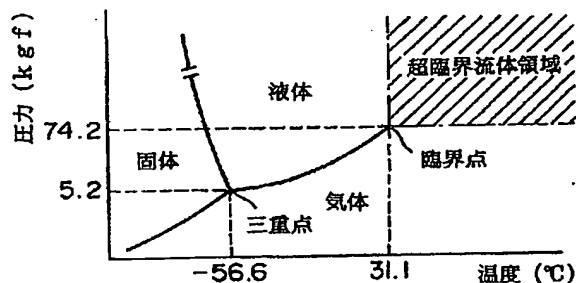
(74) 代理人 弁理士 志賀 正武 (外2名)

(54) 【発明の名称】 微細発泡体の製法

(57) 【要約】

【課題】 本発明は、強度低下を抑えつつ、より一層の軽量化、使用量低減化を達成できる発泡体の製法を提供することを目的とする。

【解決手段】 樹脂に液状のCO<sub>2</sub>を含浸させた後、該樹脂を発泡させる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 樹脂に液状のCO<sub>2</sub>を含浸させた後、該樹脂を発泡させることを特徴とする微細発泡体の製法。

【請求項2】 樹脂にガス状または超臨界状のCO<sub>2</sub>を含浸させ、引き続いて該樹脂に液状のCO<sub>2</sub>を含浸させた後、該樹脂を発泡させることを特徴とする微細発泡体の製法。

【請求項3】 前記樹脂として、双極子モーメントが0.5以上の樹脂を用いることを特徴とする請求項1または2記載の微細発泡体の製法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は樹脂を発泡させて発泡体を製造する方法に関し、樹脂に液状のCO<sub>2</sub>を含浸させて発泡させることにより、微細な気泡が多数分散された微細発泡体が得られるようにしたものである。

## 【0002】

【従来の技術】特に軽量化や弾性の付与または使用量の低減が求められている樹脂成形体などにおいては、樹脂を発泡した成形体（発泡体）広く使用されている。このような発泡体においては、より一層の軽量化、使用量低減を達成するために発泡倍率を高めると、図11に示すような気泡1の大きさS（以下、セルサイズという）が大きくなり、その結果、単位断面積当たりの強度が低下してしまうという問題があった。したがって、より一層の軽量化、使用量低減を図るとともに、発泡体の強度低下を防止するためには、セルサイズを微小化することが望まれる。しかしながら、従来一般の発泡体の製法では、セルサイズの微小化は数100μmが限界とされており、強度低下防止は実現できていなかった。

【0003】そこで、これらの問題を解決すべく特表平6-50672号公報には、ポリマープラスチック材料に超臨界流体を含浸させて発泡させることにより、従来よりもセルサイズが小さい発泡樹脂材料を製造する方法が記載されている。しかしながら、この方法によれば従来一般の発泡樹脂材料よりは強度の低下量は少ないものの、必ずしも満足な強度は得られなかった。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】よって、この発明における課題は、強度低下を抑えつつ、より一層の軽量化、使用量低減化を達成できる発泡体の製法を提供することにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するために請求項1記載の発明は、樹脂に液状のCO<sub>2</sub>を含浸させた後、該樹脂を発泡させることを特徴とする微細発泡体の製法である。請求項2記載の発明は、樹脂にガス状または超臨界状のCO<sub>2</sub>を含浸させ、引き続いて該樹脂に液状のCO<sub>2</sub>を含浸させた後、該樹脂を発泡させることを特徴とする微細発泡体の製法である。請求項1また

は2記載の微細発泡体の製法において、前記樹脂として、双極子モーメントが0.5以上の樹脂を用いることが好ましい。

## 【0006】

【発明の実施の形態】以下、本発明を説明する。本発明で用いられるガス状、液状、および超臨界状のCO<sub>2</sub>は、それぞれ図1に示すCO<sub>2</sub>の相平衡図に示される、気体、液体、および超臨界流体の領域となる圧力、温度範囲で得られる。例えば圧力200kgfで温度5℃、あるいは圧力200kgfで温度25℃とすれば液状のCO<sub>2</sub>が得られ、圧力200kgfで温度40℃、あるいは圧力200kgfで温度80℃とすれば超臨界状のCO<sub>2</sub>が得られ、圧力40kgfで温度25℃、圧力40kgfで温度40℃、あるいは圧力40kgfで温度80℃とすればガス状のCO<sub>2</sub>が得られる。これらの中でも、特に液状のCO<sub>2</sub>は、ガス状のCO<sub>2</sub>および超臨界状のCO<sub>2</sub>に比べて、樹脂に含浸できる量（飽和含浸量）が多いので好ましい。

【0007】本発明で用いられる樹脂は、極性が強い樹脂、すなわち双極子モーメントの値が大きい樹脂が好ましく用いられる。下記表1は各種樹脂の双極子モーメントとCO<sub>2</sub>の飽和含浸量を示したものであり、図2は、これらの関係をグラフに示したものである。含浸条件は、CO<sub>2</sub>が液状となる含浸圧力200kgf、含浸温度25℃で、含浸時間20時間とした。このグラフに示されるように、樹脂の双極子モーメントとCO<sub>2</sub>の含浸量とはほぼ比例関係にある。ここで、双極子モーメントが大きい樹脂ほどCO<sub>2</sub>の飽和含浸量が大きいのは、樹脂の分子構造が複雑で、極性成分を含んでおり、かつCO<sub>2</sub>が4極子であるためと考えられる。

## 【0008】

【表1】

樹脂	双極子モーメント	CO <sub>2</sub> 含浸量(%)
PE(LDPE)	0.164	4.2
PE(HDPE)	0.164	2.6
PP	0.183	4.3
PTFE(TFE)	0.357	4.3
PTFE(PFA)	0.357	3.2
PTFE(FEP)	0.357	3.7
PETG	0.9	13.7
PET	0.556	7.2
PC	0.627	14
PMMA	1.284	26.5

【0009】そして、後述する実験結果に示されるように、CO<sub>2</sub>を含浸させた樹脂を発泡させて発泡体を製造する場合、CO<sub>2</sub>の含浸量が多いほどセルサイズは微細になり、かつ体積当たりの気泡の数（以下、セル密度という）も多い。したがって、本発明において、双極子モーメントが0.5以上の樹脂を用いることにより、CO<sub>2</sub>の飽和含浸量を7%以上（200kgf、25℃）とすることができ、セルサイズ5.0μm以下、セル密度1×

10<sup>10</sup>個/cm<sup>3</sup>以上の微細発泡体を好ましく得ることができる。このような双極子モーメントが0.5以上の樹脂としては、例えばポリエチレンテレフタレート(PET)、ポリカーボネート(PC)、ポリメタクリル酸メチル(PMMA)、ポリエチレンテレフタレート系共重合体(PETG)があり、樹脂の形態としては、シート状、フィルム状、ペレット状、成型品等が好ましく用いられる。

【0010】本発明において樹脂にCO<sub>2</sub>を含浸させる際、含浸圧力、および含浸温度は、これらの条件によって図1に示したようにCO<sub>2</sub>の状態が変化するので、好ましくはCO<sub>2</sub>が液状となる温度および圧力に設定して含浸を行う。また含浸時間は、飽和含浸量に達していない場合は長い方が好ましいが、長すぎると生産性が悪くなる。また飽和含浸量に達した後は、それ以上含浸を続ける必要はない。樹脂にCO<sub>2</sub>を含浸させる際には、例えば耐圧構造の含浸槽を用いればよい。

【0011】また本発明において、まず樹脂にガス状または超臨界状態のCO<sub>2</sub>を含浸させ、引き続き液状のCO<sub>2</sub>を含浸させてもよい。液状のCO<sub>2</sub>は飽和含浸量は大きい、飽和含浸量に達するまでに要する時間が長いので、このようにすることによって、より短い含浸時間で大きな含浸量を達成することができる。具体的には、例えばまず含浸圧力および含浸温度をCO<sub>2</sub>がガス状または超臨界状態となるように設定し、CO<sub>2</sub>の含浸量がこの条件での飽和含浸量に達するまで保持する。続いて含浸槽を冷却してCO<sub>2</sub>が液状となる温度とし、さらに飽和含浸量に達するまで含浸を続ける。また含浸槽を冷却して含浸条件を変える際には、含浸槽内のCO<sub>2</sub>が不足しないように補充する。

【0012】このようにしてCO<sub>2</sub>を含浸させた樹脂は、減圧および/または加熱することによって発泡させる。発泡時の温度はCO<sub>2</sub>が含浸された樹脂のガラス転移温度以上とされる。樹脂がPCまたはPMMAの場合には、含浸時の加圧状態を開放して減圧することによって室温で発泡させることができる。また室温〜150℃の範囲で加熱してもよい。樹脂がPETの場合には、含浸時の加圧状態を開放して減圧するとともに40〜180℃の範囲で加熱することによって発泡させることができる。樹脂がPETGの場合には、含浸時の加圧状態を開放して減圧することによって室温で発泡させることができる。また室温〜180℃の範囲で加熱することによっても発泡させることができる。発泡時の温度を上記の範囲より高くするとセルサイズが数10〜数100μm程度に大きくなってしまい、発泡倍率も大きくなってしまふ。発泡時の加熱方法としては、例えば熱オイルバスやウォーターバスに浸漬させる、あるいは熱プレスを用いることもできる。また発泡時間は、短すぎると発泡が十分に行われず、長すぎると発泡倍率が大きくなってしまふ。したがって発泡時間は、所望のセルサイズおよび

発泡倍率が得られるように設定するのが好ましい。

【0013】そして適度に発泡した樹脂は、急冷してガラス転移温度以下に冷却し、発泡を停止させるとともに生成された気泡の形状を維持する。急冷の方法としては、例えば水温20℃以下の冷水浴に30秒程度投入する、あるいはガラス転移温度が室温以上である場合は空冷してもよい。

【0014】本発明の発泡体の製法によれば、樹脂にCO<sub>2</sub>を含浸させる際に、CO<sub>2</sub>が液状となる含浸条件とすることによって、より多くの量のCO<sub>2</sub>を樹脂に含浸させることができる。したがって、このCO<sub>2</sub>含浸樹脂を発泡して得られる発泡体は、セルサイズが微小化され、かつ単位体積当たりのセル数も多数化されたものが得られる。よって、発泡倍率を高めたときの強度低下量が抑えられ、発泡体の軽量化、使用量低減を好ましく達成することができる。

【0015】【実験例1】PCからなるシート材(厚さ1mm、大きさ50mm×50mm)に含浸温度および含浸圧力を変えてCO<sub>2</sub>を含浸させた。含浸時間を22時間(5℃の場合は79時間)としたときの含浸量(%)を測定した。その結果を図3に示す。図中、AはCO<sub>2</sub>がガス状となる領域、BはCO<sub>2</sub>が液状となる領域、CはCO<sub>2</sub>が超臨界状態となる領域をそれぞれ示す(図4、図5においても同様)。この図より、CO<sub>2</sub>が液状となる条件で含浸を行った方が、超臨界状態の場合より、PCシート材により多くのCO<sub>2</sub>を含浸させることが可能であることが認められる。

【0016】【実験例2】PMMAからなるシート材(厚さ1mm、大きさ50mm×50mm)に含浸温度および含浸圧力を変えてCO<sub>2</sub>を含浸させた。含浸時間を22時間(5℃の場合は79時間)としたときの含浸量(%)を測定した。その結果を図4に示す。この図より、CO<sub>2</sub>が液状となる条件で含浸を行った方が、超臨界状態の場合より、PMMAシート材により多くのCO<sub>2</sub>を含浸させることが可能であることが認められる。

【0017】【実験例3】PETGからなるシート材(厚さ1mm、大きさ50mm×50mm)に含浸温度および含浸圧力を変えてCO<sub>2</sub>を含浸させた。含浸時間を22時間としたときの含浸量(%)を測定した。その結果を図5に示す。この図より、CO<sub>2</sub>が液状となる条件で含浸を行った方が、超臨界状態の場合より、PETGシート材により多くのCO<sub>2</sub>を含浸させることが可能であることが認められる。

【0018】【実験例4】上記実験例1と同様のPCシート材に含浸温度および含浸圧力を変えてCO<sub>2</sub>を含浸させ、飽和含浸量(%)を測定した。そしてこれらのCO<sub>2</sub>含浸PCシート材をそれぞれ発泡させ、得られた発泡体のセルサイズおよびセル密度を測定した。尚、発泡条件は、発泡温度60℃、発泡時間30秒とした。その結果を下記表2および図6および図7に示す。図6、7

中、○および□は液状のCO<sub>2</sub>を含浸した場合、●および■は超臨界状のCO<sub>2</sub>を含浸した場合をそれぞれ示す。これらの結果より、CO<sub>2</sub>が液状となる条件で含浸を行った方が、超臨界状の場合より、PCシート材により多くのCO<sub>2</sub>を含浸させることが可能であり、CO<sub>2</sub>の

含浸量が多いほど発泡体におけるセルサイズは小さくなり、単位当たりの気泡の数（セル密度）は多くなることが認められる。

【0019】

【表2】

含浸圧力 (kgf)	含浸温度	CO <sub>2</sub> の状態	CO <sub>2</sub> 含浸量 (%)	セルサイズ (μm)	セル密度 (1/cm <sup>3</sup> )
120	40℃	超臨界状	11.5	4	$1.0 \times 10^{10}$
200	5℃(79H)	液状	19	1.8	$1.4 \times 10^{11}$
200	25℃	液状	14	4.1	$6.0 \times 10^9$
200	40℃	超臨界状	13.5	4.2	$4.3 \times 10^9$
200	80℃	超臨界状	9	5	$1.0 \times 10^9$
200	25℃(72H)	液状	15.5	3.5	$1.0 \times 10^{10}$

【0020】【実験例5】上記実験例1と同様のPCシート材に、CO<sub>2</sub>が液状となる条件（200kgf・25℃）およびCO<sub>2</sub>が超臨界状となる条件（200kgf・40℃および200kgf・80℃）でそれぞれCO<sub>2</sub>を含浸させるときの、含浸時間と含浸量との関係を調べた。その結果を図8に示す。図中↑は飽和含浸量に達した時点を示す。この図の結果より、CO<sub>2</sub>が液状となる条件でPCシート材に含浸を行う場合は、超臨界状の場合に比べて、飽和含浸量が多いが、飽和含浸量に達するまでの時間が長いことが認められる。この実験例では液状のCO<sub>2</sub>を含浸させたとき、含浸時間を72時間としても飽和含浸量に達しなかった。

【0021】【実験例6】上記実験例3と同様のPETGシート材に、CO<sub>2</sub>が液状となる条件（200kgf・25℃）、CO<sub>2</sub>が超臨界状となる条件（200kgf・40℃、200kgf・80℃および120kgf・80℃）でそれぞれCO<sub>2</sub>を含浸させるときの、含浸時間と含浸量との関係を調べた。その結果を図9に示す。図中↑は飽和含浸量に達した時点を示す。この図の結果より、CO<sub>2</sub>が液状となる条件でPETGシート材に含浸を行う場合は、超臨界状の場合に比べて、飽和含浸量が多いが、飽和含浸量に達するまでの時間が長いことが認められる。この実験例では液状のCO<sub>2</sub>を含浸させたとき、含浸時間を22時間としても飽和含浸量に達しなかった。

【0022】【実験例7】上記実験例1と同様のPCシート材に、①CO<sub>2</sub>が液状となる条件（200kgf・25℃）で含浸を行った場合、②CO<sub>2</sub>が超臨界状となる条件（200kgf・80℃）で含浸を行った場合、および③まずCO<sub>2</sub>が超臨界状となる条件（200kgf・80℃）で2時間含浸を行った後、含浸槽を冷却しCO<sub>2</sub>を補充して、引き続きCO<sub>2</sub>が液状となる条件（200kgf・25℃）で含浸を行った場合のそれぞれについて、含浸時間と含浸量との関係を調べた。その結果を図10に示す。この図の結果より、最初に、CO<sub>2</sub>が超臨界状とな

る条件で、この条件での飽和含浸量に達するまで含浸を行い、引き続いてCO<sub>2</sub>が液状となる条件で含浸を行うことにより、CO<sub>2</sub>が液状となる条件のみでPCシート材に含浸を行う場合と同等の含浸量を、より短い含浸時間で達成できることが認められる。本実験例では、上記③の条件で含浸を行った場合には、上記①の条件で含浸を行った場合に比べて、同じ含浸量に達するまでの時間を2～6時間短縮することができた。

【0023】

【実施例】以下、本発明を更に理解しやすくするため、実施例について説明する。かかる実施例は、本発明の一態様を示すものであり、この発明を限定するものではない。本発明の範囲で任意に変更可能である。

（実施例1）PCからなるシート材（厚さ1mm、大きさ50mm×50mm）を耐圧容器からなる含浸槽内に置き、液状のCO<sub>2</sub>を含浸させた。含浸時の含浸圧力、含浸温度、および含浸時間は下記表3の通りとした。含浸後、CO<sub>2</sub>含浸量を測定した。その結果を表3に併せて示す。また、CO<sub>2</sub>含浸後のPCシート材を発泡させ、得られた発泡体のセルサイズおよびセル密度を測定した。このときの発泡条件は、発泡温度60℃、発泡時間30秒とした。その結果を表3に併せて示す。

【0024】（比較例1）上記実施例1と同様のPCシート材を耐圧容器からなる含浸槽内に置き、超臨界状のCO<sub>2</sub>を含浸させた。含浸時の含浸圧力、含浸温度、および含浸時間は下記表3の通りとした。含浸後、CO<sub>2</sub>含浸量を測定した。その結果を表3に併せて示す。また、CO<sub>2</sub>含浸後のPCシート材を発泡させ、得られた発泡体のセルサイズおよびセル密度を測定した。このときの発泡条件は、発泡温度60℃、発泡時間30秒とした。その結果を表3に併せて示す。

【0025】

【表3】

	含浸圧力 (kgf)	含浸温度	CO <sub>2</sub> の状態	含浸時間 (H)	CO <sub>2</sub> 含浸量 (%)	セルサイズ ( $\mu\text{m}$ )	セル密度 ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )
実施例 1	200	5℃	液状	79	19	1.8	$1.4 \times 10^{11}$
	200	25℃		72	15.5	3.5	$1.6 \times 10^{10}$
比較例 1	200	40℃	超臨界状 (液化なし)	22	13.6	4.2	$4.3 \times 10^9$
	200	80℃		22	9	5.0	$1.0 \times 10^9$
	120	40℃		22	11.5	4.0	$1.0 \times 10^{10}$
	300	40℃		22	12.3	3.0	$1.4 \times 10^{10}$
	450	40℃		22	13	1.9	$7.4 \times 10^{10}$

このように、CO<sub>2</sub>が液状となる条件でPCシート材にCO<sub>2</sub>を含浸させた実施例1では、超臨界状のCO<sub>2</sub>を含浸させた比較例1に比べて、CO<sub>2</sub>の含浸量が多く、セルサイズがより微小で、かつセル密度がより高い発泡体を得られた。

【0026】(実施例2) PMMAからなるシート材(厚さ1mm、大きさ50mm×50mm)を耐圧容器からなる含浸槽内に置き、液状のCO<sub>2</sub>を含浸させた。含浸時の含浸圧力、含浸温度、および含浸時間は下記表4の通りとした。含浸後、CO<sub>2</sub>含浸量を測定した。その結果を表4に併せて示す。また、CO<sub>2</sub>含浸後のPMMAシート材を発泡させ、得られた発泡体のセルサイズを測定した。このときの発泡条件は、発泡温度40℃、

発泡時間30秒とした。その結果を表4に併せて示す。

【0027】(比較例2) 上記実施例2と同様のPMM Aシート材を耐圧容器からなる含浸槽内に置き、超臨界状のCO<sub>2</sub>を含浸させた。含浸時の含浸圧力、含浸温度、および含浸時間は下記表3の通りとした。含浸後、CO<sub>2</sub>含浸量を測定した。その結果を表4に併せて示す。また、CO<sub>2</sub>含浸後のPMMAシート材を発泡させ、得られた発泡体のセルサイズを測定した。このときの発泡条件は、発泡温度40℃、発泡時間30秒とした。その結果を表4に併せて示す。

【0028】

【表4】

	含浸圧力 (kgf)	含浸温度	CO <sub>2</sub> の状態	含浸時間 (H)	CO <sub>2</sub> 含浸量 (%)	セルサイズ ( $\mu\text{m}$ )
実施例 2	200	5℃	液状	79	37	0.1
	200	25℃		22	26.5	0.3
比較例 2	200	40℃	超臨界状 (液化なし)	22	25.0	2
	120	40℃		22	23.5	5
	300	40℃		22	22.4	1.4

このように、CO<sub>2</sub>が液状となる条件でPMMAシート材にCO<sub>2</sub>を含浸させた実施例2では、超臨界状のCO<sub>2</sub>を含浸させた比較例2に比べて、CO<sub>2</sub>の含浸量が多く、セルサイズがより微小な発泡体を得られた。

【0029】(比較例3) 比較例として 双極子モーメントが比較的小さいLDPE(低密度ポリエチレン)を用いて発泡体を製造した。すなわち、LDPEからなるシート材(厚さ1mm、大きさ50mm×50mm)を耐圧容器からなる含浸槽内に置き、液状、超臨界状、ま

たはガス状のCO<sub>2</sub>を含浸させた。含浸時の含浸圧力、含浸温度、および含浸時間は下記表5の通りとした。また含浸後、CO<sub>2</sub>含浸量を測定した。その結果を表5に併せて示す。さらに、CO<sub>2</sub>含浸後のLDPEシート材を発泡させ、得られた発泡体のセルサイズを測定した。このときの発泡条件は、発泡温度120℃、発泡時間30秒とした。その結果を表5に併せて示す。

【0030】

【表5】

含浸圧力 (kgf)	含浸温度 (℃)	CO <sub>2</sub> の状態	含浸時間 (H)	CO <sub>2</sub> 含浸量 (%)	セルサイズ
200	25	液状	22	4.2	10~50 $\mu$ m
200	40	超臨界状	22	3.9	500 $\mu$ m以上(巨大セル)
200	80	超臨界状	22	3.7	500 $\mu$ m以上(巨大セル)
40	25	ガス状	22	2.1	1mm以上(巨大セル)
40	40	ガス状	22	1.5	1mm以上(巨大セル)
40	80	ガス状	22	1.8	1mm以上(巨大セル)
80	25	液状	22	3.2	10~50 $\mu$ m
80	40	超臨界状	22	3.0	100 $\mu$ m以上(巨大セル)
80	80	超臨界状	22	1.6	100 $\mu$ m以上(巨大セル)
120	25	液状	22	3.8	10~50 $\mu$ m
120	40	超臨界状	22	3.9	100 $\mu$ m以上(巨大セル)
120	80	超臨界状	22	2.8	100 $\mu$ m以上(巨大セル)
160	25	液状	22	4.1	10~50 $\mu$ m
160	40	超臨界状	22	3.9	100 $\mu$ m以上(巨大セル)
160	80	超臨界状	22	3.7	100 $\mu$ m以上(巨大セル)
300	40	超臨界状	22	4.5	100 $\mu$ m以上(巨大セル)
450	40	超臨界状	22	4.9	100 $\mu$ m以上(巨大セル)

【0031】(比較例4) 比較例として 双極子モーメントが比較的小さいHDPE(高密度ポリエチレン)を用いて発泡体を製造した。すなわち、HDPEからなるシート材(厚さ1mm、大きさ50mm×5.0mm)を耐圧容器からなる含浸槽内に置き、液状、超臨界状、またはガス状のCO<sub>2</sub>を含浸させた。含浸時の含浸圧力、含浸温度、および含浸時間は下記表6の通りとした。ま

た含浸後、CO<sub>2</sub>含浸量を測定した。その結果を表6に併せて示す。さらに、CO<sub>2</sub>含浸後のHDPEシート材を発泡させ、得られた発泡体のセルサイズを測定した。このときの発泡条件は、発泡温度150℃、発泡時間30秒とした。その結果を表6に併せて示す。

【0032】

【表6】

含浸圧力 (kgf)	含浸温度 (℃)	CO <sub>2</sub> の状態	含浸時間 (H)	CO <sub>2</sub> 含浸量 (%)	セルサイズ
200	25	液状	22	2.6	1~30 $\mu$ m
200	40	超臨界状	22	2.2	10~50 $\mu$ m
200	80	超臨界状	22	1.5	100 $\mu$ m以上(巨大セル)
40	25	ガス状	22	1.3	1mm以上(巨大セル)
40	40	ガス状	22	0.8	1mm以上(巨大セル)
40	80	ガス状	22	0.5	1mm以上(巨大セル)
80	25	液状	22	2.0	10~50 $\mu$ m
80	40	超臨界状	22	1.9	10~50 $\mu$ m
80	80	超臨界状	22	0.7	1mm以上(巨大セル)
120	25	液状	22	2.6	10~50 $\mu$ m
120	40	超臨界状	22	2.2	10~50 $\mu$ m
120	80	超臨界状	22	1.4	100 $\mu$ m以上(巨大セル)
160	25	液状	22	3.0	1~30 $\mu$ m
160	40	超臨界状	22	2.2	10~50 $\mu$ m
160	80	超臨界状	22	1.0	100 $\mu$ m以上(巨大セル)
300	40	超臨界状	22	2.6	1~30 $\mu$ m
450	40	超臨界状	22	3.2	1~30 $\mu$ m

上記比較例3、4の結果より、双極子モーメントが比較的小さい樹脂を用いた場合は、CO<sub>2</sub>の含浸量が少なく、発泡後のセルサイズが巨大化してしまうことがわか

る。

【0033】

【発明の効果】以上説明したように本発明の請求項1記

載の微細発泡体の製法は、樹脂に液状の $\text{CO}_2$ を含浸させた後、該樹脂を発泡させることを特徴とするものである。したがって、液状の $\text{CO}_2$ を用いることにより、より多くの量の $\text{CO}_2$ を樹脂に含浸させることができ、セルサイズが微小化され、かつ単位体積当たりのセル数も多数化された微細発泡体を得られる。よって、発泡倍率を高めたときの強度低下量が抑えられ、発泡体の軽量化、使用量低減を好ましく達成することができる。

【0034】また本発明の請求項2記載の微細発泡体の製法は、樹脂にガス状または超臨界状態の $\text{CO}_2$ を含浸させ、引き続いて該樹脂に液状の $\text{CO}_2$ を含浸させた後、該樹脂を発泡させることを特徴とするものである。したがって、上記請求項1記載の発明により得られる効果に加えて、さらに含浸時間を短縮でき、生産性を向上できるという効果が得られる。また、前記樹脂として双極子モーメントが0.5以上の樹脂を用いれば、より多くの $\text{CO}_2$ を樹脂に含浸させることができるので好ましい。

【図面の簡単な説明】

【図1】  $\text{CO}_2$ の状態図である。

【図2】 各種樹脂の双極子モーメントと $\text{CO}_2$ の飽和

含浸量との関係を示すグラフである。

【図3】 本発明に係る $\text{CO}_2$ 含浸時の圧力および温度と含浸量との関係を示すグラフである。

【図4】 本発明に係る $\text{CO}_2$ 含浸時の圧力および温度と含浸量との関係を示すグラフである。

【図5】 本発明に係る $\text{CO}_2$ 含浸時の圧力および温度と含浸量との関係を示すグラフである。

【図6】 本発明に係る $\text{CO}_2$ 含浸量と発泡後のセルサイズとの関係を示すグラフである。

【図7】 本発明に係る $\text{CO}_2$ 含浸量と発泡後のセル密度との関係を示すグラフである。

【図8】 本発明に係る $\text{CO}_2$ 含浸時間と含浸量との関係を示すグラフである。

【図9】 本発明に係る $\text{CO}_2$ 含浸時間と含浸量との関係を示すグラフである。

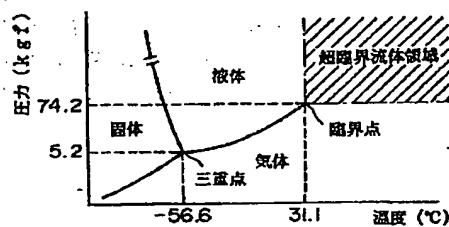
【図10】 本発明に係る $\text{CO}_2$ 含浸時間と含浸量との関係を示すグラフである。

【図11】 従来例の発泡体を示す断面図である。

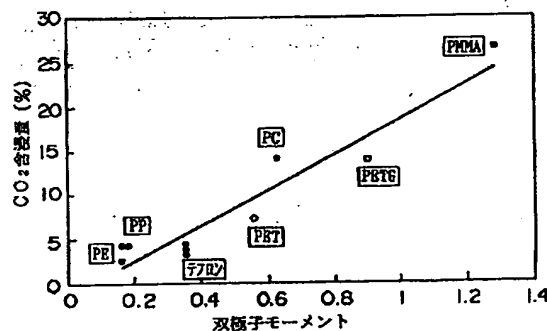
【符号の説明】

20 1 気泡

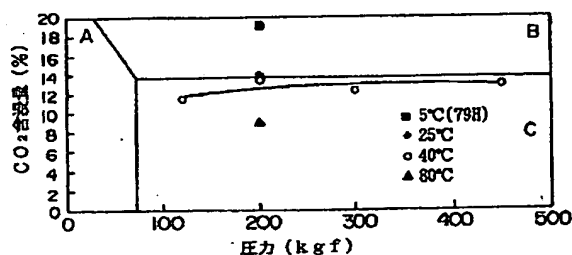
【図1】



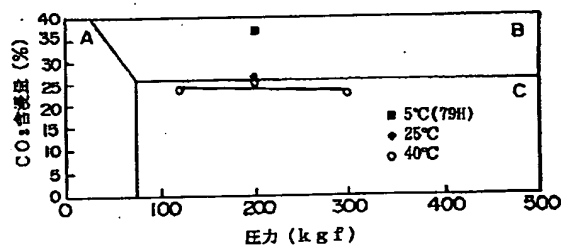
【図2】



【図3】

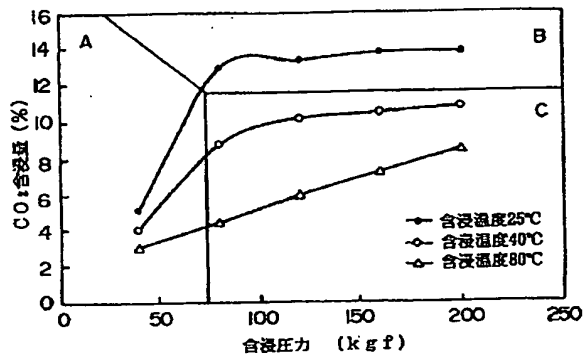


【図4】

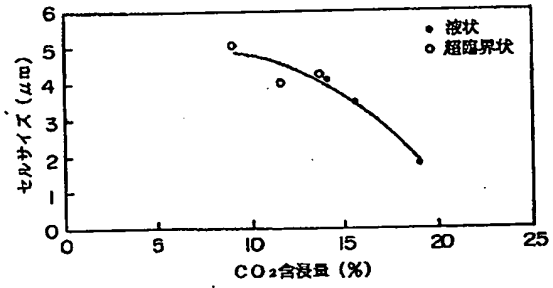




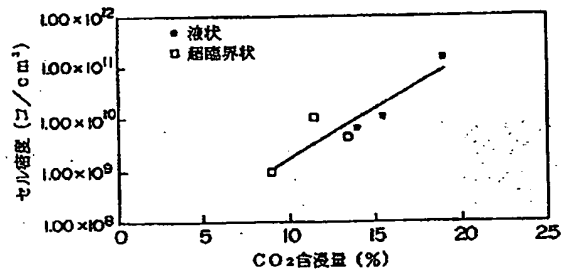
【図5】



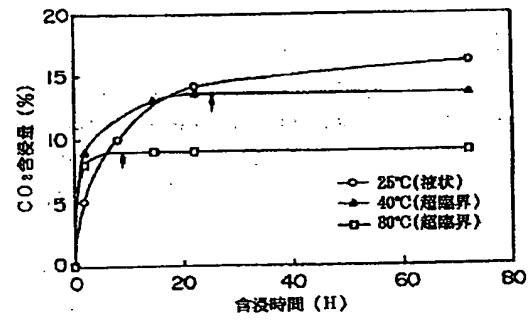
【図6】



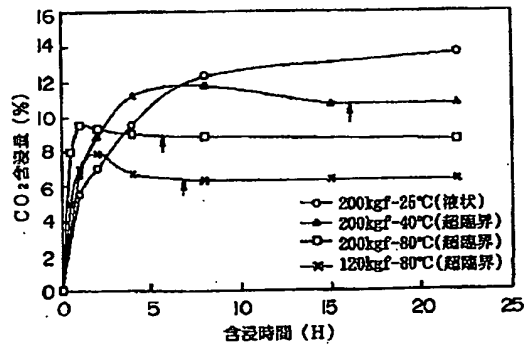
【図7】



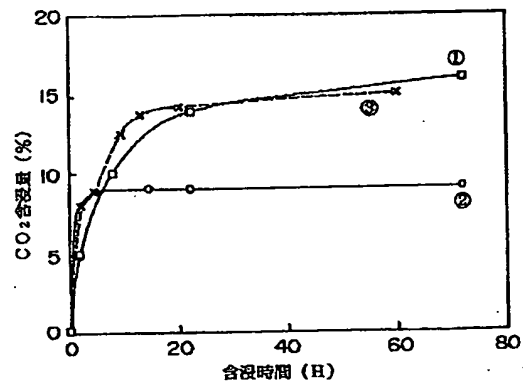
【図8】



【図9】



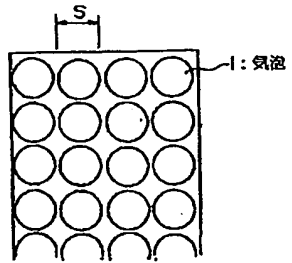
【図10】



(9)

特開平10-36547

【図11】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**